

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002 年 9 月 26 日 (26.09.2002)

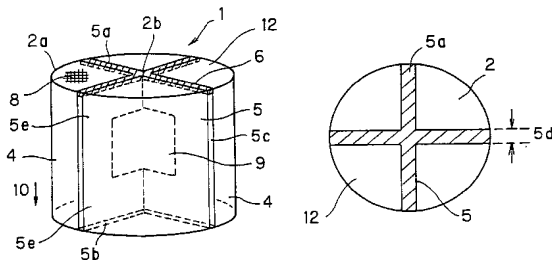
PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/074417 A1

- (51) 国際特許分類: **B01D 39/20, 46/00, F01N 3/02**
- (21) 国際出願番号: PCT/JP02/01895
- (22) 国際出願日: 2002 年 3 月 1 日 (01.03.2002)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2001-75580 2001 年 3 月 16 日 (16.03.2001) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本碍子株式会社 (NGK INSULATORS, LTD.) [JP/JP]; 〒467-8530 愛知県 名古屋市 瑞穂区 須田町 2 番 56 号 Aichi (JP).
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 浜中 俊行 (HAMANAKA, Toshiyuki) [JP/JP]; 〒467-8530 愛知県 名古屋市 瑞穂区 須田町 2 番 56 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 原田 節 (HARADA, Takashi) [JP/JP]; 〒467-8530 愛知県 名古屋市 瑞穂区 須田町 2 番 56 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).
- (74) 代理人: 渡邊 一平 (WATANABE, Kazuhira); 〒111-0053 東京都 台東区 浅草橋 3 丁目 20 番 18 号 第 8 菊星タワービル 3 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: HONEYCOMB FILTER FOR PURIFYING EXHAUST GAS

(54) 発明の名称: 排ガス浄化用ハニカムフィルター



(57) Abstract: A honeycomb filter for purifying exhaust gas, comprising a honeycomb structure (1) having a plurality of through holes, partitioned by a porous barrier wall, sealed alternately with an exhaust gas inflow side end face (2) and an exhaust gas outflow side end face (3). The honeycomb structure (1) has a slit (5) at least opening to the exhaust gas inflow side end face (2) wherein the slit (5) is partially filled with a filler (6) in the direction of exhaust gas channel (10) from the exhaust gas outflow side end face (3) at a depth 3-25 times the slit width (5d) and an air gap region (5e) is formed on the inside of the part filled with the filler (6). The honeycomb filter for purifying exhaust gas exhibits a high thermal shock resistance while sustaining high purification performance and it can be used continuously over a long term.

[続葉有]

WO 02/074417 A1



(57) 要約:

多孔質の隔壁により仕切られた複数の貫通孔を、排ガス流入側端面（２）及び排ガス流出側端面（３）で互い違いに目封じしたハニカム構造体（１）を備える排ガス浄化用ハニカムフィルターである。ハニカム構造体（１）を、少なくとも排ガス流入側端面（２）に開口するスリット（５）を有するものとし、このハニカム構造体（１）が有するスリット（５）を、排ガス流入側端面（３）から排ガス流路方向（１０）に、スリット幅（５ｄ）の３～２５倍の深さで、一部に充填材（６）を充填され、充填材（６）を充填された部分の内側には空隙領域（５ｅ）を形成しているものとする。この排ガス浄化用ハニカムフィルターは、高い浄化性能を維持しながらも、耐熱衝撃性が大きく、長期に至る継続的使用が可能である。

明 細 書

排ガス浄化用ハニカムフィルター

技術分野

本発明は、排ガス浄化用ハニカムフィルターに関する。さらに詳しくは、排気ガス等の含塵流体中に含まれる粒子状物質を捕集除去する浄化性能を高度に維持しながらも、高い耐熱衝撃性を有し、長期に至って継続的使用が可能な排ガス浄化用ハニカムフィルターに関する。

背景技術

トラック等に搭載されているディーゼルエンジンから排出される粒子状物質の環境への影響が最近大きくクローズアップされてきており、このような粒子状物質の捕集除去の重要な手段として、排ガス浄化用ハニカムフィルターが用いられている。

排ガス浄化用ハニカムフィルターは、通常、多孔質の隔壁により仕切られた複数の貫通孔を、排ガス流入側端面及び排ガス流出側端面で互い違いに目封じしたハニカム構造を備え、排ガスを、排ガス流入側端面に開口する貫通孔からフィルター内に流入し、強制的にフィルター内の隔壁を通過させることにより、排ガス中の粒子状物質を捕集、除去するものである。

ところで、このような排ガス浄化用ハニカムフィルターでは、フィルターの継続的使用を確保するためには、排ガス流路となる貫通孔中に溜まった粒子状物質を、定期的又は間断的に、燃焼、除去させてフィルターを再生することが必要となる。

しかし、このようなカーボン微粒子の燃焼は、ハニカムフィルターに局所的な高温化を招き、局所的に高温化された個所とそれ以外の個所とで熱膨張の相違を生じるため、ハニカムフィルターに、熱応力が発生して、クラック等を生じさせ、その継続的使用が極めて困難になるという問題がある。

これに対し、応力を低減する方策として、特開昭59-199586号公報で

は、隔壁によって囲まれた多数の貫通孔を有するセラミックハニカム構造体において、貫通孔を囲む隔壁にスリットを少なくとも1つ設けた貫通孔を、ハニカム構造体の所定部分に実質上均一に配分したことを特徴とするハニカム構造体が提案されている。

しかしながら、このハニカム構造体においては、小さなスリットをハニカム構造体に均一に分布させて、変形の自由度を増加させるものであり、熱応力を低減する効果はあるものの、熱応力の大きさがハニカム構造体各部で不均一であることが全く考慮されていないため、温度分布の不均一の程度がより大きな厳しい使用環境下に供されるハニカム構造体の応力低減策としては不十分であった。

一方、特開平8-28246号公報には、ハニカム構造体を複数のハニカム部材に分割して熱応力緩和効果を付与するとともに、各ハニカム部材を、少なくとも三次元的に交錯する無機繊維と無機粒子とを、無機バインダー、及び有機バインダーを介して相互に結合してなる弾性質シール材で接着して、耐久性を向上させたセラミックハニカムフィルターが開示されている。

しかし、このハニカムフィルターでは、耐久性を向上させる目的から、各ハニカム部材における接着面全体をシール材により接着していたため、ハニカム構造体を複数のハニカム部材に分割することによる熱応力緩和効果が減殺されてしまい、長期の継続的使用においては必ずしも十分な耐熱衝撃性を有しなかった。

本発明は、上述の課題に鑑みてなされたものであり、高い浄化性能を維持しながらも、耐熱衝撃性が大きく、長期に至る継続的使用が可能な排ガス浄化用ハニカムフィルターを提供することを目的とする。

発明の開示

本発明者は、上述の課題を解決するべく鋭意研究した結果、ハニカム構造体の少なくとも排ガス流入側端面にスリットを設けるとともに、このスリットのガス流入側端面に開口する部分を含む一部に、特定の深さで充填材を充填することにより、上述の目的を達成できることを知見し、本発明を完成させた。

即ち、本発明によれば、多孔質の隔壁により仕切られた複数の貫通孔を、排ガス流入側端面及び排ガス流出側端面で互い違いに目封じしたハニカム構造体を備

える排ガス浄化用ハニカムフィルターであって、ハニカム構造体が、少なくとも排ガス流入側端面に開口するスリットを有し、このハニカム構造体が有するスリットは、排ガス流入側端面から排ガス流路方向に、スリット幅の3～25倍の深さで、一部に充填材を充填され、充填材を充填された部分の内側には空隙領域を形成していることを特徴とする排ガス浄化用ハニカムフィルターが提供される。

本発明においては、スリットが、充填材を、スリット幅の6～25倍の深さで、充填されていることが好ましい。また、ハニカム構造体が、さらに、ハニカム構造体の排ガス流出側端面及び／又は側面に開口するスリットを備えることが好ましく、この際には、ハニカム構造体の排ガス流出側端面及び／又は側面に開口するスリットの少なくとも一部に、充填材を充填してなるものとしてもよい。

また、本発明においては、ハニカム構造体が、複数のハニカム部材を、相互に対向するそれぞれの面の一部で、接合材で接合して構成され、スリットが、各ハニカム部材間に形成されるものが好ましい。この際には、接合材が、ハニカム部材の基体と実質的に同材質であること、又はハニカム部材の基体の材質より強度の小さい材質であることが好ましい。また、各ハニカム部材は、相互に対向するそれぞれの面のうち、接合材で接合していない部分の少なくとも一部で接触していることが好ましい。

また、本発明においては、充填材が、充填材のハニカムフィルター基体材料より、強度、ヤング率が小さい材質からなるものが好ましく、中でも、少なくとも三次元的に交錯する無機繊維と無機粒子とを、無機バインダー及び／又は有機バインダーを介して相互に結合してなるものが好ましい。

また、本発明においては、ハニカムフィルターの基体が、コージェライト、炭化珪素、金属シリコン、窒化珪素、アルミナ、ムライト、アルミニウムチタネート及びリチウムアルミニウムシリケートよりなる群から選ばれた一種を主結晶相とするものが好ましい。

図面の簡単な説明

図1(a)(b)は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターの一の実施の形態を模式的に示すものであり、図1(a)は斜視図であり、図1(b)は図1(a)

の上面図である。

図 2 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターにおけるスリットパターンの一例を模式的に示す斜視図である。

図 3 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターにおけるスリットパターンの他の一例を模式的に示す斜視図である。

図 4 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターにおけるスリットパターンの他の一例を模式的に示す斜視図である。

図 5 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターにおけるスリットパターンの他の一例を模式的に示す斜視図である。

図 6 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターの他の実施の形態を模式的に示す斜視図である。

図 7 は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターの他の実施の形態を模式的に示す斜視図である。

発明を実施するための最良の形態

本発明においては、少なくともフィルター再生時に最も熱応力が発生する排ガス流入側端面に開口するスリットを設け、しかもそのスリットの一部のみを充填材で充填して空隙領域を形成するため、熱応力緩和効果が大きく、フィルター再生時等において、フィルター各部で温度分布の不均一が生じて、クラックの発生を高度に防止することができ、極めて耐熱衝撃性が大きな排ガス浄化用ハニカムフィルターとすることができる。

また、本発明においては、充填材を、スリットの排ガス流入側端面に開口する部分を含んで充填するため、スリットへの排ガスの漏洩が全くなく、上述した大きな耐熱衝撃性を達成しながらも、排ガス浄化性能を高度に維持することができる。

以下、本発明の実施の形態を、具体的に説明するが、本発明はこれらの実施形態に限定されるものではない。

本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターは、多孔質の隔壁により仕切られた複数の貫通孔を、排ガス流入側端面及び排ガス流出側端面で互い違いに目封じし

たハニカム構造体を有するものであり、これにより、フィルター内に流入した排ガスが、強制的に隔壁を通過させられ、排ガス中の粒子状物質を捕集、除去することができる。

ハニカム構造体の形状としては、特に制限はないが、例えば、断面形状が、円、楕円、レーストラック等のものを挙げることができる。また、ハニカム構造体の貫通孔の形状（セル形状）としては、特に制限はないが、捕集面積を確保するために、断面形状が三角形又は四角形のいずれかであることが好ましい。また、貫通孔のセル密度は、 $6 \sim 2000$ セル/平方インチ ($0.9 \sim 311$ セル/ cm^2) が好ましく、 $50 \sim 400$ セル/平方インチ ($7.8 \sim 62$ セル/ cm^2) がより好ましい。

本発明におけるハニカム構造体では、内燃機関又は燃焼装置の排ガス浄化手段として用いる際に、捕集した粒子状物質の燃焼除去を促進してフィルター再生を効果的に行うために、隔壁に、触媒能を有する金属を担持することが好ましい。触媒能を有する金属としては、例えば、Pt、Pd、Rh等を挙げることができ、これら金属は、一種単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。

ハニカム構造体の基体の材質としては、例えば、コーージェライト、炭化珪素、金属シリコン、窒化珪素、アルミナ、ムライト、アルミニウムチタネート及びリチウムアルミニウムシリケートよりなる群から選ばれた一種を主結晶相とするセラミックスを挙げることができる。

中でも、耐熱性、高熱伝導に優れる点で、炭化珪素、又は金属シリコンと炭化珪素とを主結晶相とするものが好ましい。

また、金属シリコンと炭化珪素とを主結晶相とする場合は、 $\text{Si} / (\text{Si} + \text{SiC})$ で規定されるSi含有量が、 $5 \sim 50$ 質量%であることが好ましく、 $10 \sim 40$ 質量%であることがより好ましい。

この範囲とすると、Siによる結合が充分であるため、熱伝導性、強度が大きいとともに、隔壁に形成する気孔を、粒子状物質の捕集除去する上で好適な気孔率、及び気孔径とすることができる。

本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターは、このようなハニカム構造体が、少なくとも排ガス流入側端面に開口するスリットを有するものであり、これによ

り、フィルター再生時に最も大きな熱応力が発生する排ガス流入側端面で、熱応力緩和効果が増大し、クラック等の発生を効果的に防止することができる。但し、本発明におけるスリットは、後述するように、排ガス流入側端面に開口する部分は、充填材により塞がれている。

以下、図面に基づいて、本発明におけるスリットの各実施形態について、具体的に説明する。

図1(a)(b)は、本発明の一の実施の形態を模式的に示す説明図であり、図1(a)は、斜視図であり、図1(b)は、上面図である。また、図2～5は、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターにおけるスリットパターンの一例を模式的に示す斜視図であり、充填材を除いて示してある。

本発明におけるスリットとしては、例えば、図2、図3に示すように、ハニカム構造体1の排ガス流入側端面2、及び側面4にのみ開口しているタイプのもの、又は図1(a)(b)、図4、図5に示すように、ハニカム構造体1の排ガス流入側端面2、排ガス流出側端面3、及び側面4に開口しているタイプのものを挙げることができる。

また、前者のタイプとしては、例えば、図3に示すように、スリット5が、ハニカム構造体1の側面4で、軸方向10の全長に亘って開口し、かつスリット5のハニカム構造体1の中心方向11への長さが、徐々に小さくなるように斜めに形成されているもの；図2に示すように、スリット5が、ハニカム構造体1の側面4で、軸方向10の全長のうち、排ガス流入側端面2に接続する部分を含む一部において開口し、かつスリット5のハニカム構造体1の中心方向への長さが、ハニカム構造体1の軸方向で同一となるように形成されているものを挙げることができる。

後者のタイプとしては、図5に示すように、スリット5が、ハニカム構造体1の側面4で、軸方向10の全長に亘って開口し、スリット5のハニカム構造体1の中心方向11への長さが、ハニカム構造体1の軸方向10で同一となるように形成されているもの；図4に示すように、スリット5が、ハニカム構造体1の側面4で、軸方向10の全長のうち、排ガス流入側端面2に接続する部分を含む一部と、排ガス流出端面2に接続する部分を含む一部とにおいて開口し、スリット

5のハニカム構造体1の中心方向11への長さが、ハニカム構造体1の軸方向で同一となるように形成されているものを挙げることができる。

また、いずれのタイプでも、図2、図4に示すように、スリット5が、ハニカム構造体1の排ガス流入側端面2で、端面外縁2aの各2点(A, B)、(C, D)を結ぶように連続的に開口し、各スリットの開口部5aが、排ガス流入側端面2の中央部2bで交差するようなもの; 図3、図5に示すように、各スリット5が、排ガス流入側端面2の外縁2aから略中央部2b方向に延伸して開口し、かつ各端面の中央部2bでは開口せずに、独立して存在するもの等とすることができる。

本発明では、これらのスリットの中でも、熱応力緩和作用が高い点で、図1(a)(b)、図4、図5に示すように、ハニカム構造体1の排ガス流入側端面2、排ガス流出側端面3、及び側面4に開口しているタイプのものが好ましく、中でも、図1(a)(b)に示すタイプのものが好ましい。

また、図1(a)(b)～図5に示すように、本発明におけるスリット5は、耐熱衝撃性を向上させる観点から、ハニカム構造体1を軸方向10等で、少なくとも三等分に分割する位置に設けらるることが好ましい。

また、本発明におけるスリット5の少なくとも一部は、耐熱衝撃性を向上させる観点から、側面4における開口部からハニカム構造体1の中心方向11へ、同方向11におけるハニカム構造体1の全幅に対して1/4の位置まで達していることが好ましく、同様に、スリット5の少なくとも一部は、排ガス流入側端面2における開口部からハニカム構造体1の排ガス流路方向10へ、同方向10におけるハニカム構造体の全長に対して1/4の位置まで達していることが好ましい。

また、スリット5の幅は、応力緩和、及び濾過効率の点から1～3mmの範囲で設けることが好ましい。

但し、スリット5の幅は、必ずしも均一とする必要はなく、複数箇所にスリット5を設けた際に、各スリット5毎に異なる幅としてもよい。また、例えば、ハニカム構造体1の側面4で、軸方向10の全長に亘って開口している一のスリット5について、排ガス流入側端面2又は排ガス流出側端面3付近においてスリット5の幅を大きくし、その中間位置においてはスリット5の幅を小さくする等、一のスリット5の各個所毎にスリット5の幅を異ならせてもよい。

また、このようなスリット 5 を形成する方法としては、

第一の方法：押出し成形により、貫通孔 8 とともにスリット 5 を有するハニカム構造の成形体を作製する方法；

第二の方法：押出し成形により、貫通孔 8 を有するハニカム構造の成形体を作製した後、得られた成形体を切削して所望の個所にスリット 5 を形成する方法；

第三の方法：押出し成形により、最終的に得られるハニカム構造体 1 を複数のブロックに分割した形状のハニカム部材成形体を複数作製し、これらハニカム部材成形体を、相互に対向するそれぞれの面の一部で接合材により接合して、各ハニカム部材成形体間にスリット 5 を形成する方法；

等を挙げることができる。

本発明では、これら方法の中で、スリット 5 の形成が容易であるとともに、熱応力緩和効果が大きい点で、第三の方法によってスリット 5 を形成することが好ましい。

また、第三の方法では、ハニカム構造体 1 全体の熱伝導性を向上させ、かつ各ハニカム部材 1 2 間の拘束を低減して、熱応力緩和効果を増大させる点から、①実質的にハニカム部材 1 2 の基体と同材質の接合材 9 を用いること、又は②ハニカム部材 1 2 の基体より強度の小さい接合材を用い、かつ各ハニカム部材 1 2 の相互に対向する面の、接合材 9 で接合された部分以外の少なくとも一部で、ハニカム部材 1 2 を相互に接触させることが好ましい。

なお、②で、「接触」とは、各ハニカム部材間で熱伝導が可能であり、かつ熱膨張による変形が生じた際に、各ハニカムセグメント間で接する面の位置関係が変更可能な状態を意味し、「強度」とは、材料試験機を用いて 4 点曲げ強度試験により測定した値を意味する。

また、②で用いる接合材 9 は、耐熱性、耐熱衝撃性等に優れる点で、後述する充填材 6 と同様にハニカム構造体 1 の基体に用いられるセラミックスを主成分とする繊維材料若しくは粉体、又はセメント等を一種単独で又は二種以上を組み合わせたものが好ましい。

他方、本発明においては、ハニカム部材 1 2 の基体が、金属 Si と SiC からなり、 $Si / (Si + SiC)$ で規定される Si 含有量が、5 ～ 50 質量%であ

る場合には、接合材 6 を、金属 Si と SiC からなり、 $Si / (Si + SiC)$ で規定される Si 含有量が、接合されるハニカム部材 12 の基体と同等かそれより多く、かつ 10 ～ 80 質量%であるものとすることも好ましい。この範囲であれば接合強度を十分に保つことができ、かつ高温で十分な耐酸化性を得ることができる。

本発明においては、このようなスリットが、少なくとも排ガス流入側端面に開口する部分を含んで、充填材を充填され、かつこの充填材を充填された部分の内には空隙領域を形成しており、これにより、浄化性能を高度に維持しながらも、耐熱衝撃性が大きな排ガス浄化用ハニカムフィルターとすることができる。

本発明においては、スリットは、排ガス流入側端面から排ガス流路方向に、スリット幅の 3 ～ 25 倍の深さで充填材を充填されるものであり、スリット幅の 6 ～ 25 倍の深さで充填材を充填されていることが好ましく、7 ～ 25 倍の深さで充填材を充填されていることがより好ましい。

充填材を充填した深さがスリット幅の 3 倍未満では、充填材とハニカム構造体との接合強度が小さく、運転時の振動、熱により充填材が剥離してしまう。一方、スリット幅の 25 倍を超える深さでは、スリットの熱応力緩和効果が不充分となり、熱応力によりハニカム構造体が破損してしまう。

ここで、充填材を充填した深さとの関係において「スリット幅」とは、図 1 (b) に示すように、スリット 5 が各端面（図 1 (b) 中では、排ガス流入側端面 2 のみを示す。）に開口する部分（図 1 (b) 中では、排ガス流入側端面 2 に開口する部分 5 a のみを示す。）における長手方向と垂直する方向の長さ 5 d を意味するものである。また、この長さが、測定位置により異なる場合は、平均の長さ（等間隔で 10 点以上個所で測定した場合の平均の長さ）を意味するものとする。尚、スリット幅 5 d と充填材 6 を充填する深さの関係が問題となるのは、スリット 5 に充填される充填材 6 は、排ガスの圧力を受ける面積がスリット幅 5 d と相関するため、スリット幅 5 d を大きくすると、より充填材 6 の接合強度を増大させる必要が生じるからである。

充填材 6 を充填する深さは、充填材 6 を充填したスリット 5 全体で均一である必要はなく、例えば、排ガスの圧力に応じて、各スリット 5 のうち排ガス流入側

端面 2 のスリット 5 で深く充填することが好ましい。

充填材 6 の充填形態としては、例えば、図 1 (a) (b) に示すように、スリット 5 の排ガス流入側端面 2 への開口部 5 a のみを充填材 6 により充填し、スリット 5 のその他の部分に空隙領域 5 e を形成したもの；図 6 に示すように、スリット 5 の排ガス流入側端面 2 及び排ガス流出側端面 3 への開口部 5 a、5 b を充填材 6 により充填し、スリット 5 のその他の部分に空隙領域 5 e を形成したもの；図 7 に示すように、スリット 5 の排ガス流入側端面 2、排ガス流出側端面 3、及び側面 4 への開口部 5 a、5 b、5 c を充填材 6 により充填し、スリット 5 のその他の部分に空隙領域 5 e を形成したものの等が好ましい。

本発明に用いられる充填材 6 は、ハニカム構造体の熱応力緩和効果が大きな点で、ハニカム部材 1 2 の基体より強度、ヤング率の小さいものが好ましい。但し、ハニカムフィルターの使用環境を考慮すると、耐熱性、耐熱衝撃性等に優れるものが好ましく、例えば、コージェライト、炭化珪素、金属シリコン、窒化珪素、アルミナ、ムライト、アルミニウムチタネート及びリチウムアルミニウムシリケートよりなる群から選ばれた一種を主結晶相とするセラミックスを主成分とするもの、又はセメント等を単独、又は混合して含有するものが好ましい。

中でも、弾性率が大きく、より熱応力を低減することができる点で、前述したセラミックスを主成分とする繊維材料が好ましく、さらに、ハニカム構造体の耐久性を向上させることができる点で、前述したセラミックスを主成分とする無機繊維及び無機粒子を、無機バインダー及び／又は有機バインダーを介して相互に結合してなるものが好ましい。

次に、本発明に係るハニカムフィルターの製造例、及び実施例について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例 1)

セラミックス原料として、炭化珪素 (SiC) 粉 75 質量%と金属珪素 (Si) 粉 25 質量%とを混合した粉末を使用し、これにメチルセルロース、ヒドロキシプロポキシルメチルセルロース、界面活性剤及び水を添加、混練し、可塑性の坏土を作製した。

次いで、この坯土を押出成形し、隔壁の厚さが0.3 mm、セル密度が31セル/cm²であり、組立後に図7に示す円筒状の形状となる断面が扇形状のハニカム部材成形体を4個作製した。

次いで、これら複数のハニカム部材成形体をマイクロ波及び熱風で乾燥後、貫通孔を排ガス流入側端面で、千鳥格子状に目封じし、目封じしなかった残余の貫通孔については排ガス流出側端面で目封じして、ハニカム部材乾燥体を作製した。

次いで、各ハニカム部材乾燥体の、焼成後において接合部に相当する部分に、坯土と同じ組成の接合材用スラリーを塗布した後、各ハニカム部材乾燥体を接合し、一体に組立て、その後乾燥した。

次いで、組立後の乾燥体を、N₂雰囲気中約400℃で脱脂した後、Ar不活性雰囲気中で約1550℃で焼成した。焼成後、各ハニカム部材間に形成されたスリットの、排ガス流入側端面の開口部に、アルミノシリケート質ファイバー、炭化珪素(SiC)粉、金属珪素(Si)粉、有機バインダー、無機バインダー、及び水を含む充填材用スラリーを、排ガス流入側端面から排ガス流路方向に15 mmの深さで充填し、排ガス流出側端面及び側面の開口部には、排ガス流入側端面の開口部より浅く、同様の充填材用スラリーを充填した。

最後に、充填材用スラリーを充填したものを、約100℃で乾燥することにより、図7に示すハニカム構造体からなるハニカムフィルターを作製した。

得られたハニカムフィルターは、隔壁の厚さが0.3 mm、セル密度が31セル/cm²、寸法が、144 mmφ×152 mmL、各スリット寸法が、スリット幅：2 mm(全てのスリット)、側面における開口部からハニカム構造体の中心方向への深さ：40 mm、排ガス流入側端面における開口部からハニカム構造体の軸方向への深さ：50 mm、排ガス流出側端面における開口部からハニカム構造体の軸方向への深さ：50 mmであった。

なお、充填材(乾燥後)の強度を、材料試験機を用いて4点曲げ強度試験により測定したところ、同様に測定したハニカム構造体の基体を構成する材料より、小さいものであった。

(実施例2～4、比較例1、2)

実施例1において、充填材を、表1に示す深さで充填したこと以外は、実施例

1と同様にしてハニカムフィルターを得た。

(評価方法)

以下に示す方法により、フィルター再生試験を行い各実施例、及び比較例のハニカムフィルターについての耐熱衝撃性についての評価を行った。

まず、各実施例、及び比較例のハニカムフィルターの外周部に把持材としてセラミック製無膨張マットを巻き、SUS409製のキャニング用缶体に押し込んでキャニング構造体とした。

次いで、ディーゼル燃料軽油の燃焼により発生させた煤を含む燃焼ガスを、排ガス流入側端面に開口する貫通孔より流入させ、排ガス中に含まれる煤を各ハニカムフィルター内に捕集させた。

その後、ハニカムフィルターを一旦室温まで放冷した後、ハニカムフィルターの排ガス流入側端面に開口する貫通孔より、800℃で一定割合の酸素を含む燃焼ガスを流入させ、煤を燃焼除去するフィルター再生試験を実施した。

このフィルター再生試験では、入口ガス温度を800℃まで上昇させる過渡時間と、捕集煤量を2種類（過渡時間：標準条件（300秒）、短（240秒））（捕集煤量：標準条件（10g/L）、大（14g/L））設定し、試験を実施した際、ハニカム構造体の排ガス流入側端面でのクラックの発生の有無及び充填材の剥離について調査した。結果をまとめて表1に示す。

なお、クラックの発生については、クラックが全く発生しなかったものを○として、少しでも発生したものを△として示した。

(表1)

捕集煤量 過渡時間			大 短		標準 標準	
	スリット幅 (mm)	充填幅 (mm)	クラック	充填材の剥離	クラック	充填材の剥離
実施例1	2	15	○	無し	○	無し
実施例2	2	6	○	有り	○	無し
実施例3	2	12	○	無し	○	無し
実施例4	2	50	○	無し	○	無し
比較例1	2	4	○	有り	○	有り
比較例2	2	80	△	無し	△	無し

(評価)

表1からわかるように、標準条件の場合には、スリットの流入側端面に開口する部分に、スリット幅の3倍未満の深さで充填材を充填した比較例1のハニカムフィルターでは、充填材の剥離が生じ、スリット幅の2.5倍を超える深さで充填材を充填した比較例2のハニカムフィルターでは、充填材の剥離が生じなかったものの、排ガス流入側端面にクラックが生じてしまった。これに対して、スリット幅の3～2.5倍の深さで充填材を充填した実施例1～4のハニカムフィルターでは、いずれも充填材の剥離がなく、排ガス流入側端面にクラックも生じなかった。

また、過渡時間を240秒と短くし、捕集煤量を14g/Lと増加させて、ハニカムフィルター各部の熱応力を増大させると、スリット幅の3倍の深さで充填材を充填した実施例2のハニカムフィルターでは、充填材の剥離が生じたが、スリット幅の6～2.5倍の深さで充填材を充填した実施例1、3、4のハニカムフィルターでは、いずれも充填材の剥離がなく、排ガス流入側端面にクラックも生じなかった。

産業上の利用可能性

以上説明したように、本発明の排ガス浄化用ハニカムフィルターによれば、浄化性能を高度に維持しながらも、耐熱衝撃性を増大させ、長期に至る継続的使用が可能な排ガス浄化用ハニカムフィルターを提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. 多孔質の隔壁により仕切られた複数の貫通孔を、排ガス流入側端面及び排ガス流出側端面で互い違いに目封じしたハニカム構造体を備える排ガス浄化用ハニカムフィルターであって、

該ハニカム構造体は、少なくとも該排ガス流入側端面に開口するスリットを有し、

該ハニカム構造体が有する該スリットは、該排ガス流入側端面から排ガス流路方向に、スリット幅の3～25倍の深さで、一部に充填材を充填され、該充填材を充填された部分の内側には空隙領域を形成していることを特徴とする排ガス浄化用ハニカムフィルター。

2. 前記スリットが、前記充填材を、前記排ガス流入側端面から排ガス流路方向に、スリット幅の6～25倍の深さで、充填されている請求項1に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

3. 前記ハニカム構造体が、さらに、前記排ガス流出側端面及び／又は前記ハニカム構造体の側面に開口するスリットを備える請求項1又は2に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

4. 前記排ガス流出側端面及び／又は前記側面に開口するスリットの一部に、充填材が充填されている請求項3に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

5. 前記充填材が、少なくとも三次元的に交錯する無機繊維と無機粒子とを、無機バインダー及び／又は有機バインダーを介して相互に結合してなる請求項1～4のいずれか一項に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

6. 前記ハニカム構造体が、複数のハニカム部材を、相互に対向する面の一部で、接合材で接合して構成され、前記スリットが、各ハニカム部材間に形成される請求項1～5のいずれか一項に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

7. 前記接合材が、前記ハニカム部材の基体と実質的に同材質である請求項6に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

8. 前記接合材が、前記ハニカム部材の基体の材質より、強度の小さい材質か

らなり、かつ各ハニカム部材が、前記相互に対向するそれぞれの面のうち、接合材で接合していない部分の少なくとも一部で接触している請求項 6 に記載の排ガス浄化用ハニカムフィルター。

1/4

図1(a)

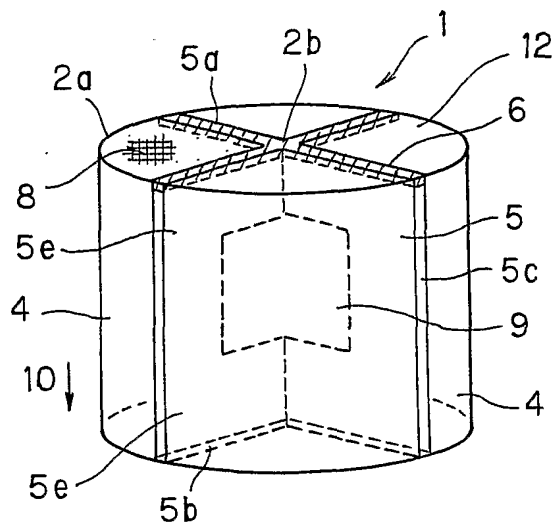
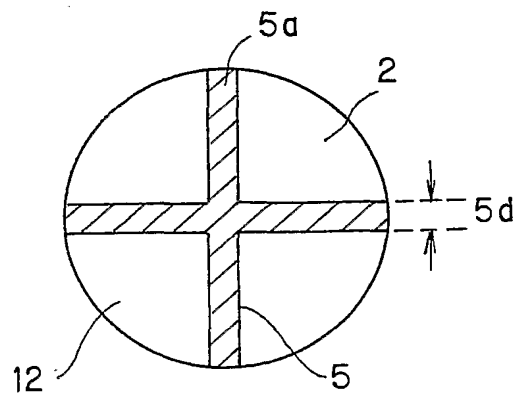


図1(b)



2/4

図2

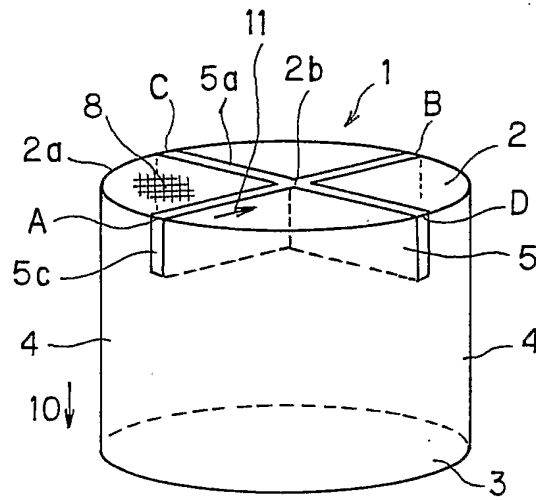
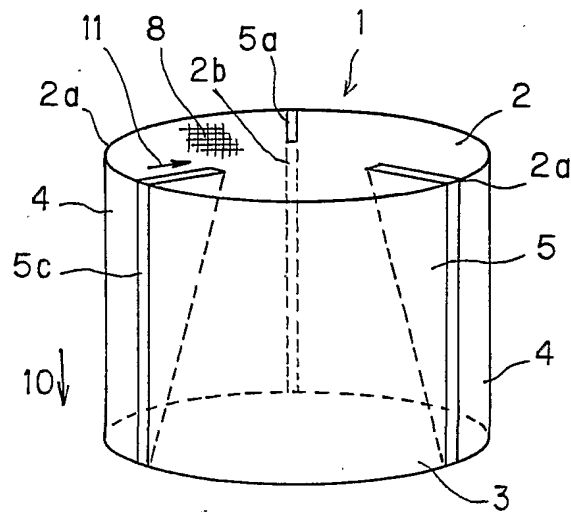


図3



3/4

図4

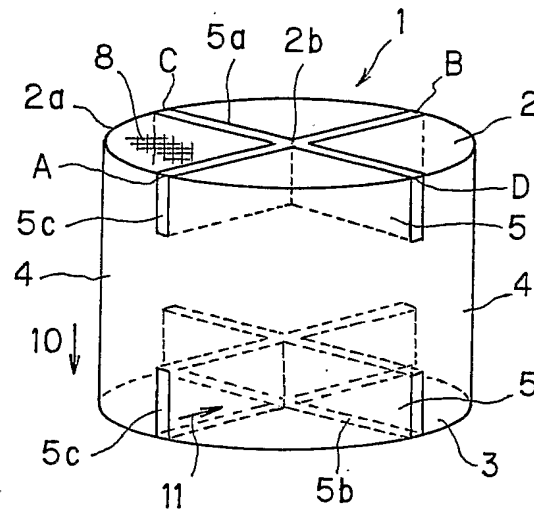
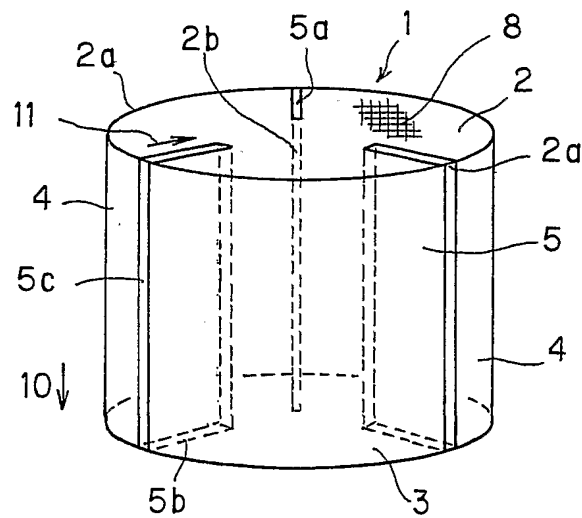


図5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/01895

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ B01D39/20, B01D46/00, F01N3/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B01D39/20, B01D46/00, F01N3/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2002
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2002	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2002

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

DIALOG (WPI/L)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CD-ROM of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 75486/1991 (Laid-open No. 27215/1993) (Ibiden Co., Ltd.), 09 April, 1993 (09.04.93), Claims; Par. Nos. [0013] to [0028] (Family: none)	1-8
A	JP 2000-153117 A (NGK Insulators, Ltd.), 06 June, 2000 (06.06.00), Claims; Par. Nos. [0018] to [0047] (Family: none)	1-8
A	JP 8-28246 A (Ibiden Co., Ltd.), 30 January, 1996 (30.01.96), Claims; Par. Nos. [0022] to [0032] (Family: none)	1-8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
09 May, 2002 (09.05.02)

Date of mailing of the international search report
21 May, 2002 (21.05.02)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/01895

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-102709 A (Ibiden Co., Ltd.), 11 April, 2000 (11.04.00), Claims; Par. Nos. [0014] to [0053] (Family: none)	1-8
P,A	JP 2002-60279 A (NGK Insulators, Ltd.), 26 February, 2002 (26.02.02), Claims; Par. Nos. [0032] to [0100] (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01D39/20, B01D46/00, F01N3/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01D39/20, B01D46/00, F01N3/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2002年
日本国登録実用新案公報	1994-2002年
日本国実用新案登録公報	1996-2002年

国際調査で使用了電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

DIALOG (WPI/L)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	日本国実用新案登録出願3-75486号 (日本国実用新案登録出願公開5-27215号) の願書に添付した明細書及び図面の内容を記録したCD-ROM (イビデン株式会社) 1993.04.09 実用新案登録請求の範囲, 段落【0013】～【0028】 (ファミリーなし)	1～8
A	J P 2000-153117 A (日本碍子株式会社) 2000.06.06 特許請求の範囲, 段落【0018】～【0047】 (ファミリーなし)	1～8

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09.05.02

国際調査報告の発送日

21.05.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

新居田 知生

印

4Q

8618

電話番号 03-3581-1101 内線 6424

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 8-28246 A (イビデン株式会社) 1996. 01. 30 特許請求の範囲, 段落【0022】～【0032】 (ファミリーなし)	1～8
A	J P 2000-102709 A (イビデン株式会社) 2000. 04. 11 特許請求の範囲, 段落【0014】～【0053】 (ファミリーなし)	1～8
PA	J P 2002-60279 A (日本碍子株式会社) 2002. 02. 26 特許請求の範囲, 段落【0032】～【0100】 (ファミリーなし)	1～8